




DialogWeb[Guided Search](#) [New Search](#) [Favorites](#) [Settings](#) [Order](#) [Cost](#) [Report](#) [Help](#)

Dynamic Search: Derwent World Patents Index

Records for: **EP 1138793**[Search on DialogWeb](#)[Search on DialogWeb](#)

Output  **Format:** ☒ Full Record **Output as:** ☒ Browser **display/send** 
Modify  **refine search** **back to picklist**

content
all none **Records 1 of 1 In full Format**

✓1. **2/19/1 DIALOG(R)File 351:Derwent WPI (c) 2003 Thomson Derwent. All rts. reserv.**

014408505

WPI Acc No: 2002-229208/ 200229

XRAM Acc No: C02-069790

XRPX Acc No: N02-176183

Aluminum alloy used in the production of anodizing layers
for components of chemical reactors and/or plasma reactors for producing
semiconductor wafers contains magnesium as an alloying addition

Patent Assignee: VENTEC GES VENTUREKAPITAL & UNTERNEHMENS (VENT-N)

Inventor: ARLT J; BUSSE K; WALTHER R

Number of Countries: 026 Number of Patents: 002

Patent Family:

Patent No	Kind	Date	Applicat No	Kind	Date	Week
EP 1138793	A2	20011004	EP 2001106442	A	20010323	200229 B
DE 10014356	A1	20011004	DE 1014356	A	20000324	200229

Priority Applications (No Type Date): DE 1014356 A 20000324

Patent Details:

Patent No	Kind	Lan	Pg	Main IPC	Filing Notes
EP 1138793	A2	G	9	C22C-021/06	

Designated States (Regional): AL AT BE CH CY DE DK ES FI FR GB GR IE IT
LI LT LU LV MC MK NL PT RO SE SI TR

DE 10014356 A1 C22C-021/06

Abstract (Basic): **EP 1138793 A2**

NOVELTY - Aluminum alloy contains magnesium as an alloying addition
in an amount of 1.4-2.9 %. The sum of all further elements in the alloy
is not more than 300 ppm and the concentration of the individual
elements does not exceed 40 ppm with the exception of aluminum and
magnesium.

DETAILED DESCRIPTION - Preferred Features: The anodizing layers
produced have a thickness of 5-300, preferably 25-90 μm .

USE - Used in the production of anodizing layers for components of
chemical reactors and/or plasma reactors for producing semiconductor
wafers (claimed).

ADVANTAGE - The anodizing layers have a high corrosion resistance.
pp: 9 DwgNo 0/1

Title Terms: ALUMINIUM; ALLOY; PRODUCE; ANODISE; LAYER; COMPONENT; CHEMICAL
; REACTOR; PLASMA; REACTOR; PRODUCE; SEMICONDUCTOR; WAFER; CONTAIN;
MAGNESIUM; ALLOY; ADD

Derwent Class: L03; M26; U11

International Patent Class (Main): C22C-021/06

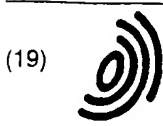
International Patent Class (Additional): B01J-019/02

File Segment: CPI; EPI

Manual Codes (CPI/A-N): L04-D; L04-D04; M26-B09; M26-B09M

Manual Codes (EPI/S-X): U11-C09B

Derwent WPI (Dialog® File 351): (c) 2003 Thomson Derwent. All rights reserved.



Europäisches Patentamt
European Patent Office
Office européen des brevets



(11) **EP 1 138 793 A2**

(12) **EUROPÄISCHE PATENTANMELDUNG**

(43) Veröffentlichungstag:
04.10.2001 Patentblatt 2001/40

(51) Int Cl.7: **C22C 21/06**

(21) Anmeldenummer: **01106442.5**

(22) Anmeldetag: **23.03.2001**

(84) Benannte Vertragsstaaten:
**AT BE CH CY DE DK ES FI FR GB GR IE IT LI LU
MC NL PT SE TR**
Benannte Erstreckungsstaaten:
AL LT LV MK RO SI

(30) Priorität: **24.03.2000 DE 10014356**

(71) Anmelder: **VenTec Gesellschaft für
Venturekapital und Unternehmensberatung
57078 Siegen (DE)**

(72) Erfinder:
• **Arlt, Joachim, Dr.
57250 Netphen (DE)**
• **Busse, Karl-Hermann, Prof. Dr.
57234 Wilnsdorf (DE)**
• **Walther, Ralf, Dr.
57074 Siegen (DE)**

(54) **Aluminiumlegierung zum Herstellen von Präzisionsteilen durch spanabhebende Formgebung und zum Erzeugen von extrem**

(57) Die Erfindung betrifft eine für die spanabhebende Formgebung geeignete hochreine Aluminiumlegierung, die neben Aluminium als Legierungsbestandteil 1,4 bis 2,9 % Magnesium aufweist. Alle weiteren Elemente (Verunreinigungen) sind in der Summe mit bis zu maximal 300 ppm begrenzt. Die Konzentration der einzelnen Elemente (Verunreinigungen) bis auf Aluminium und Magnesium beträgt maximal 40 ppm. Der Gasge-

halt ist begrenzt mit maximal 0,25 ppm. Bauteile aus dieser Legierung können durch Anodisieren mit extrem korrosionsbeständigen Schichten versehen werden. Durch zusätzliches Verdichten der Oberfläche der erzeugten Bauteile aus dieser Legierung, z.B. durch Sand- bzw. Kugelstrahlen, kann die Korrosionsbeständigkeit der Anodisierung weiter günstig beeinflusst werden.

EP 1 138 793 A2

Beschreibung

[0001] Über Aluminiumlegierungen und deren anodische Oxidation (Anodisieren) ist bereits viel gearbeitet worden. Zusammenfassend ist der Stand der Technik z.B. den folgenden Publikationen zu entnehmen: T.W. Jellinek: Oberflächenbehandlung von Aluminium, F. Leutze Verlag 1997; F. Ostermann: Anwendungstechnologie Aluminium, Springer Verlag 1998. Unter einer Anodisierung versteht man die elektrochemisch erzeugte Konversionsschicht auf Aluminium oder einer Aluminiumlegierung. Dabei wird die Oberfläche des Aluminiumwerkstoffes durch anodische Oxidation in eine Aluminiumoxid/Hydroxid- bzw. Mischoxid/Hydroxidschicht umgewandelt. Damit ein Bauteil in hinreichender Qualität anodisiert werden kann, muß es nach einer sorgfältigen Entfettung gebeizt werden. Ziel der Beize ist es, das auf jeder Aluminiumoberfläche vorhandene Oxid zu entfernen und bei Aluminiumlegierungen oberflächennahe Phasen, die Begleitelemente enthalten, möglichst vollständig zu entfernen. Schon von einer sachgemäßen Beize hängt die Qualität einer Anodisierung entscheidend ab. Sind auf der Oberfläche noch Oxidreste und schlecht anodisierbare Fremdphasen vorhanden, wird der Schichtaufbau lokal gestört. Es kann sich dann keine geschlossene Schicht bilden.

[0002] Zum eigentlichen Anodisieren wird das Bauteil in ein Säurebad, das neben gelöstem Aluminium noch weitere Zusätze im geringeren Umfang enthalten kann, getaucht. Zwischen dem Werkstück und den Gegenelektroden wird eine Spannung zwischen 10 und 120 Volt angelegt. Die Stromdichte beträgt dabei 0,5 bis 3 Ampere pro dm². Die Badtemperaturen betragen je nach Verfahren rund 0° C bis 25 °C.

[0003] Im Zeitverlauf baut sich während der Beschichtung die Anodisierschicht (oftmals genannt Eloxalschicht) nicht gleichmäßig auf. Nachdem der Schichtaufbau nach Anlegen der Spannung relativ hoch ist, sinkt er immer weiter ab, je dicker die entstandene Schicht wird. Da die Säure gleichzeitig die Oberfläche der Anodisierschicht mit einer konstanten Rate abträgt, erzielt man nach einer gewissen Zeit keinen weiteren Schichtaufbau. Dieses Phänomen wird als Rücklösung bezeichnet. Zur Erzeugung einer hochwertigen Anodisierung darf man sich diesem Grenzfall nicht zu sehr nähern. Hohe Schichtstärken bei Anodisierungen werden dann erreicht, wenn man die Spannung und die Stromdichte erhöht, das Bad kühlt und im großen Umfang die Rücklösung unterdrückende Badzusätze, z.B. Oxalsäure, verwendet. Nach der eigentlichen Anodisierung wird das Bauteil gründlichst gespült.

[0004] Als letzte Stufe einer Anodisierung erfolgt die sogenannte Verdichtung der Schicht, die man sich als ein Aufquellen der Schicht unter irreversibler Wasseraufnahme vorzustellen hat. Dabei nehmen die Oxide in der Anodisierung Wasser auf. Die Verdichtung erfolgt in einem Bad mit heißem Wasser (deionisiert) oder in einer Kammer mit nassem Dampf. Die Verdichtung kann durch diverse Prozeßparameter beeinflußt werden (z.B. pH-Wert, Temperatur, Zeit).

[0005] Eine Anodisierschicht ist jedoch keine homogene Schicht. Anodisierungen sind immer aus zwei deutlich getrennten Bereichen aufgebaut.

[0006] Direkt auf dem Grundwerkstoff bildet sich im Idealfall zunächst eine sehr dünne, dichte, homogene Schicht, deren Dicke 0,1 % bis maximal 2 % der Gesamtschichtstärke ausmacht. Diese sogenannte Sperrschicht ist im wesentlichen für die elektrischen Isolationseigenschaften des Schichtsystems verantwortlich.

[0007] Die darüber liegende sogenannte poröse Schicht, die den weitaus größten Dickenanteil des Schichtsystems ausmacht, besteht aus mehr oder weniger amorphen Aluminiumoxid-, Oxidhydroxid- und Hydroxid- und Mischoxidphasen sowie Salzen aus dem Anodisierbad. Wie die Bezeichnung der Schicht zum Ausdruck bringt, hat diese Schicht immer einen mehr oder weniger großen porösen Anteil. Sie besteht aus sehr kleinen, im Idealfall sechseckigen Zellen (Durchmesser typischerweise 0,02 bis 0,06 µm), die senkrecht auf die Oberseite der Sperrschicht aufgewachsen sind. Daher kann man sie makroskopisch betrachtet auch als stengelig (Länge zu Durchmesser kann bis 1000 : 1 betragen) beschreiben. Im Inneren dieser Stengel verlaufen Poren von der Oberfläche der Schicht bis fast auf die Sperrschicht. Die Anzahl dieser Zellen pro Flächeneinheit wird durch die Parameter der Beschichtung bestimmt. Das wesentliche Ziel der Verdichtung einer Anodisierung ist es daher, durch Aufquellen der Wände der Zellen (Hydratbildung) die Poren zu verschließen. Die Isolationseigenschaften dieser porösen Schicht werden im wesentlichen dadurch bestimmt, ob die Poren vollständig (und nicht nur oberflächlich) geschlossen sind und ob die Leitfähigkeit fördernden Salze in der Schicht eingeschlossen sind.

[0008] Ein vorstehend beschriebenes Schichtsystem kann sich in dieser Weise nur auf einer chemisch und physikalisch homogenen Metalloberfläche abscheiden. Die zum gegenwärtigen Zeitpunkt verwendeten Aluminiumknetlegierungen zum Herstellen von Präzisionsbauteilen, z.B. für die Halbleiterindustrie, sind aber weder physikalisch noch chemisch homogen.

[0009] Während die unvermeidliche Kornstruktur des Grundwerkstoffes nur einen geringen Einfluß auf die Qualität einer Anodisierschicht hat, wenn die Korngrenzen nicht belegt sind, ist dies jedoch der Fall, wenn sich an den Korngrenzen Fremdphasen angereichert haben. Auf diese Weise können sich Fehlstellen ausbilden. Gleiches gilt in noch stärkerem Maße für die Phasen, die sich direkt aus der Schmelze abscheiden, da die entstehenden Ausscheidungen in der Regel größer sind. Die Fremdphasen stören die Ausbildung einer Anodisierschicht um so weniger, desto feiner und kugelter sie eingeformt sind. Denn nur dann kann man sie vor dem eigentlichen Anodisieren durch Beizen entfernen oder sie werden in der Schicht eingeschlossen ohne von der Schichtoberfläche zum Grundwerkstoff durchgehende Fehlstellen zu bilden.

[0010] Nur wenige der in Aluminiumknetlegierungen enthaltenen binären, ternären, quaternären, oder noch komplexeren intermetallischen Phasen verhalten sich bei der Anodisierung, was Schichtaufbau und Rücklösung angeht, wie reines Aluminium. Ist die "Fremdphase" schlechter anodisierbar, entsteht eine Fehlstelle; aber auch dann, wenn diese Phase zu stärkerer Rücklösung neigt. Unbedenklich sind von dem im größeren Umfang in den Aluminiumknetlegierungen vorhandenen Phasen nur die Aluminium-/ Magnesiumphasen.

[0011] Hinzu kommt, daß oberflächennahe Lunker, Poren und nichtmetallische Einschlüsse aller Art im Aluminiumwerkstoff vermieden werden müssen, da sie zu Fehlstellen in einer Anodisierung führen.

[0012] Aus den obigen Ausführungen zum Stand der Technik ist zu entnehmen, daß insbesondere die Legierungselemente, welche intermetallische Phasen, z.B. Eisen und Silizium, auch mit Aluminium bilden können, abgesenkt werden müssen, um Fehlstellen in Anodisierungen zu reduzieren.

[0013] Diese intermetallischen Phasen insbesondere aus Silizium und Eisen mit Aluminium beeinflussen auch die Farbgestaltung und die optischen Eigenschaften von Anodisierungen erheblich. Daher wird im JP Patent Nr. P 60-40528, DE 3606218 A1, für einen Aluminiumwerkstoff für Uhrengehäuse, vorgeschlagen, den Eisengehalt und Siliziumgehalt in dem Aluminiumwerkstoff mit 0,5 - 3,0 % Magnesium als Legierungselement, auf unter 100 ppm abzusinken, um hierdurch glasklare und nach einer Einfärbung goldfarbige Anodisierschichten zu erhalten. Ähnliche sogenannte Glanzlegierungen für dekorative Zwecke sind zum gegenwärtigen Zeitpunkt auf dem Markt erhältlich und sind damit Stand der Technik.

[0014] Das alleinige Absenken von einigen Legierungselementen in einer Aluminiumlegierung zum Anodisieren reicht aber nicht aus, um eine geschlossene dichte, extrem korrosionsbeständige Anodisierschicht insbesondere auf Bauteilen für chemische Reaktoren und Plasmareaktoren zum Herstellen und Bearbeiten von Halbleitersubstraten (Wafers) zu erzeugen. Hierbei werden oftmals aggressive Gasgemische und Plasmen auf der Basis oder mit Beimengungen von Chlor und Fluor verwendet, welche bei einer kleinsten Fehlstelle in den Anodisierungen sofort den Grundwerkstoff (die Aluminiumlegierungen) angreifen können. Aufgrund dieses extremen Korrosionsangriffes, auch in Kombination mit elektrischen Durchschlägen, ausgelöst durch eine Plasmaentladung, werden umgehend freies Aluminium und / oder andere Reaktionsprodukte, wie z.B. AlF_3 , freigesetzt, welche die Produktionsausbeute bei der Halbleiterherstellung, infolge von Partikelkontamination und chemischer Kontamination der Halbleitersubstrate (Wafer), drastisch zu reduzieren vermögen.

[0015] Um weitestgehend fehlerfreie, geschlossene und extrem korrosionsbeständige Anodisierungen auf Bauteilen für derartige oder ähnliche Anwendungen zu erzeugen, ist es daher erforderlich, eine hochwertige Aluminiumlegierung zu entwickeln, auf der die Bildung dieser Schichten durch Anodisierung erfolgreich vorgenommen werden kann. Da die Bauteile für die oben erwähnten Einsätze meist größere Abmessungen (z.B. Vakuumkammern bis zu einem Kammervolumen von rund 0,8 m³) aufweisen, die vorzugsweise aus Vollmaterial durch spanabhebende Formgebung (z.B. Fräsen, Drehen) erzeugt werden, ist es zudem aus wirtschaftlichen und technischen Gründen erforderlich, daß die Aluminiumlegierung in einfacher Weise durch spanabhebende Bearbeitungsverfahren zu bearbeiten ist.

Beschreibung der Erfindung

[0016] Die vorliegende Erfindung betrifft eine für die spanabhebende Bearbeitung geeignete hochreine Aluminiumlegierung zum Erzeugen von extrem korrosionsbeständigen Anodisierschichten.

[0017] Herkömmliche Aluminiumlegierungen nach dem Stand der Technik weisen die folgenden Nachteile auf, die dem Erzeugen von extrem korrosionsbeständigen Anodisierschichten auf Bauteilen insbesondere für Anwendungen in chemischen Reaktoren und Plasmareaktoren, für das Herstellen und Bearbeiten von Halbleitersubstraten (Wafers), entgegenstehen. Diese sind:

I. Die Bildung von meist spießigen, intermetallischen Phasen gebildet durch die Elemente Aluminium, Silizium, Eisen, Kupfer, Chrom, Titan und Mangan, welche insbesondere bei zu niedrigem Umformgrad das Aufwachsen von Anodisierschichten behindern und zu Fehlstellen in den Anodisierungen führen.

II. Die Bildung von örtlich hohen Anreicherungen von Legierungselementen (Seigerungen), welche dem Aufwachsen von thermodynamisch stabilen Anodisierschichten entgegenstehen.

III. Poren, Lunker, Gasblasen und Oxideinschlüsse aller Art, die beim Vergießen der Schmelze entstehen. Auf derartigen Fehlstellen im Grundkörper kann keine geschlossene fehlerfreie Anodisierung aufwachsen.

IV. Die schlechte Eignung von Reinaluminiumlegierungen zum Bearbeiten durch spanabhebende Formgebung. So lassen sich Reinaluminiumlegierungen, nach dem Stand der Technik, mit einer Reinheit > 99,5 % Aluminium aufgrund der sich beim mechanischen Bearbeiten bildenden langen Späne schlecht spanend zu bearbeiten und eignen sich daher nicht für eine wirtschaftliche Fertigung von komplizierten, mechanisch aufwendigen Bauteilen.

[0018] Es ist die Aufgabe der Erfindung, die oben beschriebenen Nachteile zu überwinden und eine Aluminiumlegierung zu schaffen, die es ermöglicht geschlossene, extrem korrosionsbeständige Anodisierschichten zu erzeugen.

Zu I. und II.

[0019] Da nahezu alle in Aluminiumlegierungen vorhandenen Elemente, z.B. Silizium, Kupfer, Chrom, Titan, Mangan, Eisen mit dem Aluminium schon bei geringen Konzentrationen intermetallische Phasen bilden und zu örtlichen Anreicherungen durch Seigerungen im Aluminiumwerkstoff neigen, wird die Konzentration aller dieser Elemente in der erfindungsgemäßen Aluminiumlegierung drastisch abgesenkt.

[0020] Nach den Ergebnissen unserer Arbeiten darf die Summe der Elemente in der Aluminiumlegierung gemäß dieser Erfindung, außer Magnesium und Aluminium nicht mehr als 300 ppm (gesamte Konzentration) betragen.

[0021] Zudem darf die Konzentration der Elemente außer Aluminium und Magnesium für jedes einzelne Element nicht mehr als 40 ppm betragen.

[0022] Diese hohe Reinheit der erfindungsgemäßen Aluminiumlegierung wird durch das Zusammenschmelzen von höchst reinem Aluminium und Magnesium erreicht (Reinheit des zum Schmelzen eingesetzten Aluminiums und Magnesiums jeweils besser als 99,995 %).

Zu III.

[0023] Um Poren, Lunker und Gasblasen in der Aluminiumlegierung zu vermeiden wird die erfindungsgemäße Aluminiumlegierung zunächst entgast. Hierbei wird insbesondere der Wasserstoffgehalt auf Werte kleiner 0,25 ppm abgesenkt. Hierdurch werden Gasblasen, welche sich bei der folgenden Warmverformung oder / und Kaltverformung des gegossenen Materials nicht mehr schließen lassen, vermieden.

[0024] Zudem wird die Schmelze mit keramischen Filtern gefiltert, um gegebenenfalls vorhandene Oxide zu entfernen und Oxideinschlüsse im Gußkörper zu verhindern.

[0025] Bei der Warmverformung von Aluminium oder Aluminiumlegierungen durch Walzen können beim heutigen Stand der Technik nur Ausgangsdicken für die gegossene Bramme bis rd. 600 mm eingesetzt werden. Daher können zum gegenwärtigen Zeitpunkt für Bauteile großer Abmessungen (Dicke, Breite, Höhe) durch Warmwalzen nur niedrige Verformungsgrade (Quotient aus der Dicke des Materials vor der Verformung / Dicke des Materials nach der Verformung) erreicht werden.

[0026] Beispielsweise beträgt die Rohabmessung vor der mechanischen Bearbeitung für eine Vakuumkammer für den Einsatz als Plasmareaktor rund 400 mm x 350 mm x 250 mm, d.h. bei einer Warmverformung durch Walzen kann zum gegenwärtigen Zeitpunkt nur ein Verformungsgrad von rund 2,4 erreicht werden.

[0027] Daher wird die Aluminiumlegierung gemäß dieser Erfindung, für Bauteile großer Abmessung durch Schmieden eines Gußkörpers mit und ohne Gesenk umgeformt. Eine weitere Methode zum Erzielen von hohen Umformgraden ist das Strangpressen des Gußkörpers.

[0028] Die Umformtemperatur wird dabei vorzugsweise so niedrig wie möglich gewählt, um ein übermäßiges Kornwachstum zu vermeiden, da in der erfindungsgemäßen Legierung die das Kornwachstum behindernde Belegung der Korngrenzen fehlt. Die Korngröße (mittlerer Korndurchmesser) der Kristallite der Aluminiumlegierung soll nach der Umformung und der gegebenenfalls anschließenden Wärmebehandlung nicht mehr als 500 µm betragen.

[0029] Hierdurch werden zu breite Korngrenzen verhindert, die in der Anodisierung auch Fehlstellen erzeugen können.

[0030] Durch die oben beschriebene Verfahrensweise lassen sich Fehlstellen im mechanisch zu bearbeitenden oder / und zu beschichtenden Rohkörper weitestgehend ausschließen.

[0031] Sollte es aufgrund von besonders komplizierten Bauteilgeometrien technisch nicht möglich sein, eine hohe Dichte der erfindungsgemäßen Aluminiumlegierung zu erreichen, hat sich die Strahlbehandlung (Sandstrahlen, Kugelstrahlen) zum Verdichten der zu anodisierenden Oberflächen als erfolgreich erwiesen. Hierbei wird kugelförmiges Strahlgut, z.B. aus Keramik oder metallischen Legierungen, wie korrosionsbeständiger Stahl, mit hohem Druck auf die zu verdichtende Oberfläche geschleudert (z.B. Kugeldurchmesser 0,5 - 3 mm, 3 - 10 bar Strahldruck).

[0032] Der Einsatz von scharfkantigem Strahlgut darf hierbei nicht erfolgen, da hierdurch gegebenenfalls unter der Oberfläche des Werkstückes liegende Fehlstellen, wie Poren, leicht geöffnet werden können und dann zu Fehlstellen in der Anodisierung führen.

[0033] Eine weitere Verbesserung der Korrosionsbeständigkeit der Anodisierung kann durch mechanisches Polieren und Läppen mit feinen Polier- und Läppmitteln, z.B. aus Diamant oder reinem Korund (0,1 bis 5 µm Korndurchmesser) erreicht werden. Hierdurch werden die Rauheitsspitzen der Anodisierungen abgetragen, die den Korrosionsangriff begünstigen. Vor dem Anodisieren können auch die zu beschichtenden Oberflächen mit elektrochemischem Polierverfahren bearbeitet werden, um die Dichte der Anodisierung zu erhöhen.

[0034] Die Legierung gemäß dieser Erfindung enthält keine Elemente, die ein Kornwachstum beim Erstarren oder der Wärmebehandlung begrenzen. Daher ergibt sich, wie oben erwähnt, eine relativ grobe Kornstruktur. Diese stört aber von technischem Standpunkt aus nicht, weil es praktisch keine Ausscheidungen an den Korngrenzen gibt, die die Anodisierschicht beeinträchtigen könnten. Allerdings kann es bei einem hochwertigen Bauteil aus einer derart

hochwertigen Legierung zu Problemen in der Anmutung kommen, wenn das Bauteil aufgrund der groben Körner visuell "scheckig" aussieht.

[0035] Ein probates Mittel, diese Kornstruktur zu kaschieren ist wiederum, das Bauteil mit einem möglichst abriebfesten kugeligen Strahlmittel vor dem Beschichten strahlen. Versuche hierzu sind mit Glasperlen und kugeligen Zirkondioxid durchgeführt worden. Mit beiden Strahlmitteln gelingt es bei, sehr moderaten Bedingungen (Strahlmittel 30 bis 200 µm Durchmesser, Stahldruck 1,2 bis 2 bar, Injektoranlage) eine absolut gleichmäßige Oberflächenstruktur zu erzielen. Das ohne diese Behandlung glasartige Aussehen der Beschichtung ändert sich hierbei in ein helles Grau. Dies kann ein Vorteil sein, wenn der Kunde auf ein vertrautes "normales" Aussehen der Anodisierung besteht.

[0036] Soll jedoch der glasartige Eindruck der Beschichtung erhalten bleiben, muß das gestrahlte Bauteil bis zu einer Schichtdicke von ca. 15 µm durch Anodisieren vorbeschichtet werden, und die Schicht anschließend vorzugsweise mit einer Mischung aus 120 Gramm Phosphorsäure, 80 Gramm Chromsäure pro Liter Lösung bei 60 bis 80 °C abgebeizt werden. Nach dieser Vorbehandlung wiederum anodisierte Bauteile aus der in dieser Schrift beschriebenen Legierung zeigen wieder das glasartige Aussehen der Eloxalschicht, ohne das die oben genannte Kornstruktur mit bloßem Auge sichtbar ist.

Zu IV.

[0037] Reinaluminiumlegierungen mit einem Gehalt von >99,5 % Aluminium, nach dem Stand der Technik, eignen sich aus wirtschaftlichen und technischen Gründen nur sehr eingeschränkt für eine mechanisch aufwendige Bearbeitung durch spanabhebende Fertigungsverfahren, wie Drehen, Fräsen, Bohren.

[0038] Bei der spanabhebenden Bearbeitung von Reinaluminiumlegierungen bilden sich vor allem lange Späne, die selbst bei hohen Schnittgeschwindigkeiten nicht mehr vollständig geschnitten werden. Ein sogenanntes Schmieren bzw. Fressen der bearbeiteten Oberflächen ist die Folge.

[0039] Zudem verziehen sich Bauteile aus Reinaluminium sehr schnell aufgrund der Neigung von Reinaluminium zu kriechen.

[0040] Aus diesem Grund wird als einziger Legierungsbestandteil der erfindungsgemäßen Aluminiumlegierung zwischen 1,4 bis 2,9 % Magnesium zugesetzt.

[0041] Hierdurch entsteht einerseits ein kürzerer Span bei der mechanischen Bearbeitung und die Härte und Festigkeit des Grundwerkstoffes wird im Vergleich zu Reinaluminiumlegierungen deutlich erhöht (Härte von Reinaluminiumlegierungen kleiner 300 N/mm², Aluminiumlegierung gemäß der Erfindung Härte >500 N/mm², Messungen nach Brinell HB 31,25, Kugeldurchmesser 2,5 mm).

[0042] So lassen sich beim Verwenden von z.B. Schneidwerkzeugen beschichtet mit polykristallinem Diamant vergleichbare Spanleistungen (Schnittgeschwindigkeiten), wie bei anderen konventionellen Aluminiumlegierungen (z.B. internationale Werkstoff-Nr.: 6061, 6060) bei der mechanischen Zerspanung erreichen.

[0043] Zusammengefaßt lautet daher die Analysenvorschrift für die Aluminiumlegierung gemäß dieser Erfindung, eine Legierung für extrem korrosionsbeständige Beschichtungen durch anodische Oxidation:

Mg 1,4-2,9%

Summe aller weiterer Elemente außer Al und Mg maximal 300 ppm,

dabei kein Element einzeln über 40 ppm,

Gasgehalt, inklusive Wasserstoff, kleiner 0,25 ppm,

Rest Al.

[0044] Die Erfindung soll anhand eines vergleichenden Ausführungsbeispiels näher erläutert werden.

[0045] Zum gegenwärtigen Zeitpunkt werden Vakuumkammern und andere Prozeßteile (Bauteile die sich innerhalb des Plasmareaktors befinden) vielfach aus der Aluminiumlegierung mit der internationalen Werkstoff-Nr.: 6061 T 6 gefertigt, die nach der spanabhebenden Bearbeitung oftmals anodisiert werden. Daher wurde dieser Werkstoff für eine vergleichende Korrosionsuntersuchung mit der Aluminiumlegierung gemäß dieser Erfindung ausgewählt.

[0046] Tabelle 1 zeigt die mit Hilfe der Methode der Emissionsspektroskopie ermittelten Zusammensetzungen der verwendeten Legierungen.

[0047] Die Abmessungen der mechanisch, durch Fräsen gefertigten Proben betrug 80 mm x 80 mm x 5 mm. Der Verformungsgrad des für die Herstellung der Proben verwendeten Werkstoffs betrug rd. 50.

[0048] Nach dem mechanischen Herstellen der Probekörper wurden diese jeweils in einem schwefelsauren Bad anodisiert und nachfolgend in einem Heißwasserbad bei 98° C, 180 Minuten, verdichtet. Die Schichtdicke, welche mit Hilfe der Wirbelstrommethode ermittelt wurde, betrug jeweils rd. 30 µm. Die Farbe der anodisierten Proben aus dem Werkstoff 6061 T 6 erschien gelblich, wohingegen die Anodisierung auf der Aluminiumlegierung, gemäß dieser Erfindung, farblos (glasartig) bis silbergrau erschien.

[0049] Die so hergestellten Probekörper wurden nun einem Korrosionstest unter Beaufschlagung mit 5 % iger Salz-

säure (HCl) unterzogen.

[0050] Abbildung 1 zeigt das vergleichende Ergebnis der vorgenommenen Korrosionsprüfung. Es ist zu erkennen, daß bei dem Werkstoff 6061 T 6 bereits nach einer Zeit von rund 3 Stunden der festgelegte Grenzwert von 10 mg freiem Aluminium (Durchdringen der Anodisierschicht) durch Reaktion der Salzsäurelösung mit dem Grundkörper überschritten wird. Dagegen versagt die Anodisierung bei der erfindungsgemäßen Aluminiumlegierung erst nach der doppelten Zeit von rund 6 Stunden.

Beschreibung der Tabellen und Abbildungen

[0051] Aus der Tabelle 1 ist die chemische Zusammensetzung der verwendeten Aluminiumlegierungen zu entnehmen.

[0052] Abbildung 1 zeigt die vergleichenden Ergebnisse des durchgeführten Korrosionstests auf den anodisierten Probekörpern.

Tabelle 1

Werkstoff	Mg	Si	Fe	Cu	Mn	Cr	Zn	Ti	Ni
Erfindungs- gemäß	2,25	,0018	,0011	,00075	,00012	<,00005	<,00047	,0008	<,00005
Al 6061	,83	,56	,41	,25	,052	,21	,034	,019	,004

Werkstoff	Sb	Sn	V	Bi	Ag	Zr	Ca	Co	Cd
Erfindungs- gemäß	<,0005	<,0002	<,00005	<,0005	<,00001	<,00002	,00023	<,0001	<,0001
Al 6061	,028	,0020	,0010	,0023	,0009	,0024	,0014	<,0001	<,0001

Konzentrationen in Gewichtsprozent

Patentansprüche

1. Eine Aluminiumlegierung zum Erzeugen von extrem korrosionsbeständigen Anodisierungsschichten für Prozeßbauteile insbesondere für den Einsatz in chemischen Reaktoren und / oder Plasmareaktoren, für das Herstellen und Bearbeiten von Halbleitersubstraten (Wafers).
5
2. Eine Aluminiumlegierung nach Anspruch 1, bei der neben Aluminium nur Magnesium als Legierungselement in der Konzentration von 1,4% bis 2,9 % verwendet wird und die Summe aller weiteren Elemente in der Legierung nicht mehr als 300 ppm beträgt und die Konzentration der einzelnen Elemente mit Ausnahme des Aluminiums und des Magnesiums 40 ppm nicht übersteigt.
10
3. Eine Aluminiumlegierung nach Anspruch 1 und 2, bei der der Gasgehalt in der Schmelze kleiner als 0,25 ppm ist.
4. Eine Aluminiumlegierung nach Anspruch 1 bis 3, bei der diese vor der mechanischen Bearbeitung durch Warm- und / oder Kaltverformung hoch verdichtet wird und dabei einen Verformungsgrad größer 10 aufweist.
15
5. Eine Aluminiumlegierung nach Anspruch 1 bis 4, bei der die Schmelze bei der schmelzmetallurgischen Herstellung gefiltert wird, um die Oxidanteile im Gußkörper zu verringern.
- 20 6. Eine Aluminiumlegierung nach Anspruch 1 bis 5, bei der zum zusätzlichen Verdichten der Oberfläche des umgeformten Grundkörpers nach der mechanischen Vorbearbeitung und / oder nach dem Endbearbeiten vor dem Anodisieren eine Oberflächenbehandlung durch Strahlen mit kugeligem Strahlgut aus Keramik oder / und Metallen und / oder Metalllegierungen erfolgt.
- 25 7. Eine Aluminiumlegierung nach Anspruch 1 bis 6, bei der die Anodisierschichten der hieraus hergestellten Bauteile eine Dicke von 5 - 300 µm, vorzugsweise zwischen 25 µm und 90 µm, aufweisen.
8. Eine Aluminiumlegierung nach Anspruch 1 bis 7, bei der die Anodisierschicht zum Erzeugen von glatten und dichten Oberflächen zusätzlich mechanisch poliert und / oder geläppt wird.
30
9. Eine Aluminiumlegierung nach Anspruch 1 - 8, bei der der Grundkörper nach der mechanischen Bearbeitung örtlich und / oder vollständig elektrochemisch poliert wird.

35

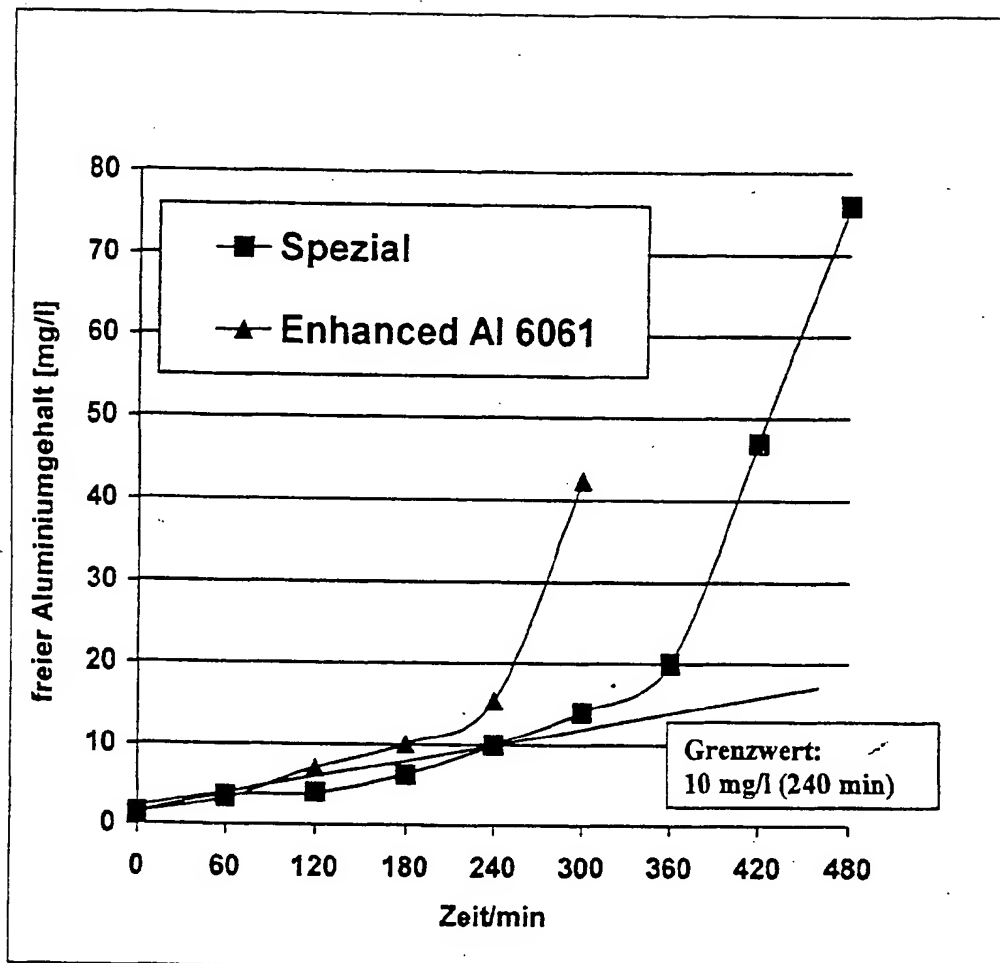
40

45

50

55

Abbildung 1



(19)



Europäisches Patentamt
European Patent Office
Office européen des brevets



(11) **EP 1 138 793 A3**

(12)

EUROPÄISCHE PATENTANMELDUNG

(88) Veröffentlichungstag A3:
17.10.2001 Patentblatt 2001/42

(51) Int Cl.7: **C22C 21/06**

(43) Veröffentlichungstag A2:
04.10.2001 Patentblatt 2001/40

(21) Anmeldenummer: 01106442.5

(22) Anmeldetag: 23.03.2001

(84) Benannte Vertragsstaaten:
**AT BE CH CY DE DK ES FI FR GB GR IE IT LI LU
MC NL PT SE TR**
Benannte Erstreckungsstaaten:
AL LT LV MK RO SI

(30) Priorität: 24.03.2000 DE 10014356

(71) Anmelder: **VenTec Gesellschaft für
Venturekapital und Unternehmensberatung
57078 Siegen (DE)**

(72) Erfinder:

- Arit, Joachim, Dr.
57250 Netphen (DE)
- Busse, Karl-Hermann, Prof. Dr.
57234 Wilnsdorf (DE)
- Walther, Ralf, Dr.
57074 Siegen (DE)

(54) **Aluminiumlegierung zum Herstellen von Präzisionsteilen durch spanabhebende Formgebung und zum Erzeugen von extrem**

(57) Die Erfindung betrifft eine für die spanabhebende Formgebung geeignete hochreine Aluminiumlegierung, die neben Aluminium als Legierungsbestandteil 1,4 bis 2,9 % Magnesium aufweist. Alle weiteren Elemente (Verunreinigungen) sind in der Summe mit bis zu maximal 300 ppm begrenzt. Die Konzentration der einzelnen Elemente (Verunreinigungen) bis auf Aluminium und Magnesium beträgt maximal 40 ppm. Der Gasge-

halt ist begrenzt mit maximal 0,25 ppm. Bauteile aus dieser Legierung können durch Anodisieren mit extrem korrosionsbeständigen Schichten versehen werden. Durch zusätzliches Verdichten der Oberfläche der erzeugten Bauteile aus dieser Legierung, z.B. durch Sand- bzw. Kugelstrahlen, kann die Korrosionsbeständigkeit der Anodisierung weiter günstig beeinflusst werden.

EP 1 138 793 A3



Europäisches
Patentamt

EUROPÄISCHER TEILRECHERCHENBERICHT

der nach Regel 45 des Europäischen Patent-
Übereinkommens für das weitere Verfahren als
europäischer Recherchenbericht gilt

Nummer der Anmeldung

EP 01 10 6442

EINSCHLÄGIGE DOKUMENTE			
Kategorie	Kennzeichnung des Dokuments mit Angabe, soweit erforderlich, der maßgeblichen Teile	Betrifft Anspruch	KLASSIFIKATION DER ANMELDUNG (Int.Cl.7)
X	J.R. DAVIS (EDITOR): "ASM Specialty Handbook. Aluminum and Aluminum Alloys" 1993, ASM, USA XP002170523 * Seite 451 - Seite 466 * * Seite 672 - Seite 679 *	1-9	C22C21/06
X	US 3 347 714 A (BROVERMANN) 17. Oktober 1967 (1967-10-17) * Spalte 3, Zeile 55 - Zeile 66 *	1	
A	US 3 312 536 A (BROVERMANN) 4. April 1967 (1967-04-04). * Spalte 1, Zeile 28 - Zeile 66 *	1	
A	US 3 187 428 A (ENGLISH) 8. Juni 1965 (1965-06-08) * Spalte 1, Zeile 46 - Zeile 55 *	1	
			RECHERCHIERTE SACHGEBIETE (Int.Cl.7)
			C22C
UNVOLLSTÄNDIGE RECHERCHE			
<p>Die Recherchenabteilung ist der Auffassung, daß ein oder mehrere Ansprüche, den Vorschriften des EPU in einem solchen Umfang nicht entspricht bzw. entsprechen, daß sinnvolle Ermittlungen über den Stand der Technik für diese Ansprüche nicht, bzw. nur teilweise, möglich sind.</p> <p>Vollständig recherchierte Patentansprüche:</p> <p>Unvollständig recherchierte Patentansprüche:</p> <p>Nicht recherchierte Patentansprüche:</p> <p>Grund für die Beschränkung der Recherche:</p> <p>Siehe Ergänzungsblatt C</p>			
Rechenort MÜNCHEN		Abschlußdatum der Recherche 26. Juni 2001	
		Prüfer Alvazzi Delfrate, M	
KATEGORIE DER GENANNTEN DOKUMENTEN		<p>T: der Erfindung zugrunde liegende Theorien oder Grundsätze</p> <p>E: Älteres Patentdokument, das jedoch erst am oder nach dem Anmeldedatum veröffentlicht worden ist</p> <p>D: in der Anmeldung angeführtes Dokument</p> <p>L: aus anderen Gründen angeführtes Dokument</p> <p>& Mitglied der gleichen Patentfamilie, übereinstimmendes Dokument</p>	
<p>X: von besonderer Bedeutung allein betrachtet</p> <p>Y: von besonderer Bedeutung in Verbindung mit einer anderen Veröffentlichung derselben Kategorie</p> <p>A: technologischer Hintergrund</p> <p>O: mündliche Offenbarung</p> <p>P: Zwischenliteratur</p>			

EPO FORM 1503 03.02.02 (P04C06)



Europäisches
Patentamt

UNVOLLSTÄNDIGE RECHERCHE
ERGÄNZUNGSBLATT C

Nummer der Anmeldung

EP 01 10 6442

Vollständig recherchierte Ansprüche:
2-9

Nicht recherchierte Ansprüche:
1

Grund für die Beschränkung der Recherche:

Der geltende Patentanspruch 1 bezieht sich auf ein Produkt, charakterisiert durch eine erstrebenswerte Eigenheit oder Eigenschaft, nämlich die Korrosionsbeständigkeit der Anodisierungsschichten. Der Patentanspruch umfasst daher alle Produkte etc., die diese Eigenheit oder Eigenschaft aufweisen, wohingegen die Patentanmeldung Stütze durch die Beschreibung im Sinne von Art. 83 EPÜ nur für eine begrenzte Zahl solcher Produkte etc. liefert. Im vorliegenden Fall fehlen dem Patentanspruch die entsprechende Stütze bzw. der Patentanmeldung die nötige Offenbarung in einem solchen Maße, daß eine sinnvolle Recherche über den gesamten erstrebten Schutzbereich unmöglich erscheint. Desungeachtet fehlt den Patentansprüchen auch die in Art. 84 EPÜ geforderte Klarheit, nachdem in ihnen versucht wird, das Produkt/Verfahren/die Verbindung/Vorrichtung über das jeweils erstrebte Ergebnis zu definieren. Auch dieser Mangel an Klarheit ist dergestalt, dass er eine sinnvolle Recherche über den gesamten erstrebten Schutzbereich unmöglich macht. Daher wurde die Recherche auf die Teile der Patentansprüche gerichtet, welche im o.a. Sinne als klar, gestützt oder offenbart erscheinen, nämlich die Teile betreffend die Produkte nach Anspruch 2.

**ANHANG ZUM EUROPÄISCHEN RECHERCHENBERICHT
 ÜBER DIE EUROPÄISCHE PATENTANMELDUNG NR.**

EP 01 10 6442

In diesem Anhang sind die Mitglieder der Patentfamilien der im obengenannten europäischen Recherchenbericht angeführten Patentdokumente angegeben.
 Die Angaben über die Familienmitglieder entsprechen dem Stand der Datei des Europäischen Patentamts am
 Diese Angaben dienen nur zur Unterrichtung und erfolgen ohne Gewähr.

26-06-2001

Im Recherchenbericht angeführtes Patentdokument		Datum der Veröffentlichung	Mitglied(er) der Patentfamilie	Datum der Veröffentlichung
US 3347714	A	17-10-1967	KEINE	
US 3312536	A	04-04-1967	KEINE	
US 3187428	A	08-06-1965	KEINE	

EPO FORM P04E1

Für nähere Einzelheiten zu diesem Anhang, siehe Amtsblatt des Europäischen Patentamts, Nr. 12/82